

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 379 441**

51 Int. Cl.:
C08G 63/06 (2006.01)
C08G 63/78 (2006.01)
C08G 63/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09010669 .1**
96 Fecha de presentación: **19.08.2009**
97 Número de publicación de la solicitud: **2172506**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **07.04.2010**

54 Título: **Equipo y método para producir ácido polihidroxicarboxílico**

30 Prioridad:
22.09.2008 JP 2008242235

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
26.04.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
26.04.2012

73 Titular/es:
HITACHI PLANT TECHNOLOGIES, LTD.
5-2, HIGASHI-IKEBUKURO 4-CHOME
TOSHIMA-KU TOKYO 170-8466, JP

72 Inventor/es:
Kamikawa, Masayuki;
Matsuo, Toshiaki;
Okamoto, Naruyasu;
Oka, Kenichiro y
Kondo, Takeyuki

74 Agente/Representante:
de Elizaburu Márquez, Alberto

ES 2 379 441 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Equipo y método para producir ácido polihidroxicarboxílico.

Antecedentes de la invención**Campo de la invención**

- 5 La invención presente se refiere a un equipo y un método para producir ácido polihidroxicarboxílico.

Antecedentes de la técnica

El ácido polihidroxicarboxílico es un poliéster alifático producido por la polimerización del ácido hidroxicarboxílico. Un típico ejemplo del mismo es la polilactida.

- 10 Ejemplos de métodos conocidos para sintetizar la polilactida incluyen métodos divulgados en los documentos de patente japonesa JP N° 3258324 B y JP N° 3258662 B. En estos métodos, el ácido láctico se concentra de manera que se reduce su contenido de agua, seguido de condensación. En consecuencia, se generan oligómeros de ácido láctico. Esos oligómeros son despolimerizados temporalmente con la adición de un catalizador tal como el 2-etilhexanoate de estaño para generar los dímeros cíclicos (lactidas). Si es necesario, la purificación se lleva a cabo mediante destilación, cristalización o similares. A partir de entonces, se causa la apertura del anillo por
15 polimerización con la adición de un catalizador como el 2-etilhexanoate de estaño a lactidas.

- En algunos casos, el contenido de agua considerada como una impureza en el ácido láctico es aproximadamente de 10% a 15%. Por lo tanto, para facilitar la iniciación de la esterificación entre las moléculas de ácido láctico, la eliminación del agua se lleva a cabo en el paso de la concentración. En este paso de concentración, dicha agua es eliminada por calentamiento a de 120° C a 250° C y, si es necesario, se despresuriza mediante una bomba de vacío o similares.
20

- En el paso de la condensación, se elimina el agua generada en la reacción de esterificación entre las moléculas de ácido láctico por vaporización causada por el calentamiento de 120° C a 250° C en un entorno de despresurización creado usando una bomba de vacío o similares y deseablemente en un entorno de despresurización de 10 Torr o menos. Como consecuencia del paso de condensación, se generan oligómeros de ácido láctico a partir del ácido láctico.
25

- Los oligómeros generados en el paso de condensación son sometidos a un paso de despolimerización en que los oligómeros entran en contacto con un catalizador de despolimerización tal como el 2-etilhexanoato de estaño con calefacción de 120° C a 250° C en un entorno de despresurización creado con el uso de una bomba de vacío o similares y deseablemente en un entorno de despresurización a 100 Torr o menos. Esto ocasiona la generación de lactidas (dímeros de éster cíclico del ácido láctico). En general, las lactidas generadas están a menudo en forma de gas en el entorno del paso de despolimerización y pueden recuperarse a través de enfriamiento/condensación. Las lactidas así recuperadas se separan del agua, oligómeros no reaccionados y similares y se purifican mediante destilación o cristalización.
30

- Las lactidas purificadas se someten a un paso de polimerización de apertura de anillo y se permite que entren en contacto con un catalizador de polimerización de apertura de anillo tal como el 2-etilhexanoato de estaño y un iniciador de la polimerización tal como el 1-dodecanol con calefacción a de 120° C a 250° C, lo que ocasiona la generación de la polilactida. La polilactida generada en el paso de polimerización de apertura de anillo contiene lactidas que no han reaccionado y el catalizador. Las lactidas que no han reaccionado que permanecen en la polilactida pueden provocar un deterioro de las propiedades de la polilactida y promover la descomposición de la polilactida, lo que resulta problemático. Por lo tanto, es necesario eliminar las lactidas que no han reaccionado. Por tal motivo, se evaporan las lactidas que no han reaccionado de la superficie de la polilactida en estado fundido por un tratamiento desgasificante al vacío con el uso de un agitador (este tratamiento se conoce como desvolatilización en fase líquida). Las lactidas que no han reaccionado así evaporadas se enfrían a fin de recuperarse.
35
40

- A partir de entonces, se enfría la polilactida en estado fundido con un refrigerante, tal como el agua y se conforma en una forma deseada tal como una partícula o una forma de pelet con una máquina formadora. A continuación, se lleva a cabo el secado mediante aire caliente o similares. En muchos casos, el secado se lleva a cabo a una temperatura inferior a la temperatura de reacción de polimerización de apertura de anillo
45

- Como se describe en los documentos de patente japonesas N° 3258324 B y N° 3258662 B, una sustancia dispersa en el proceso que contiene ácido láctico y condensados de ácido láctico tales como los oligómeros y la lactida, que ha sido dispersa en el gas de ventilación descargado durante el proceso, se enfría y se recupera mediante un intercambiador de calor o similares en la etapa de despolimerización, la etapa de polimerización de apertura de anillo, la etapa de desvolatilización en fase líquida, y la etapa de secado. Sin embargo, convencionalmente ha sido
50

5 difícil volver a utilizar dicha sustancia recuperada y por lo tanto, se ha descartado dicha sustancia. Esto ha sido la causa de reducción en el rendimiento. En relación a este problema, se conoce el método divulgado en el documento de patente japonés (Kokai) N°.10-17653 A (1998), en donde una sustancia dispersa en el proceso es recuperada mediante un condensador barométrico que realiza la refrigeración directa a través de la dispersión de agua para ser reusada como material de partida.

Compendio de la invención

10 De acuerdo con el método divulgado en el documento de patente japonés (Kokai) N°.10-17653 A (1998), una sustancia dispersa en el proceso que se ha recuperado es hidrolizada a ácido láctico que puede reutilizarse como material de partida. Sin embargo, una solución obtenida por lavado de la sustancia dispersa en el proceso tiene un gran porcentaje de contenido de agua en comparación con el ácido láctico que actúa como material de partida. Por lo tanto, la reutilización de este tipo de solución como material de partida provoca un aumento en el tiempo y costos de funcionamiento necesarios para la evaporación del agua lo que es problemático.

15 La invención presente se ha hecho en vista de los problemas mencionados. Es un objeto de la invención presente recuperar eficientemente la sustancia dispersa en el proceso en el gas de ventilación descargado durante el proceso de producción del ácido polihidroxicarboxílico tal como la polilactida y reutilizar la sustancia como material de partida para mejorar el rendimiento del producto en el proceso.

A fin de lograr el objetivo anterior, los inventores presentes han inventado un equipo novedoso y un método para producir el ácido polihidroxicarboxílico. La invención presente se resume a continuación.

20 (1) Un equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico, que comprende un aparato de polimerización de apertura de anillo para causar la polimerización de apertura de anillo de los dímeros cíclicos del ácido polihidroxicarboxílico, un aparato de desvolatilización en fase líquida para desvolatilizar los dímeros cíclicos que no han reaccionado o subproductos por la aplicación de presión negativa manteniendo el ácido polihidroxicarboxílico generado en estado fundido, y un aparato de secado para calentar el ácido polihidroxicarboxílico solidificado para su secado, en donde

25 se conecta un intercambiador de calor indirecto a la ruta de descarga del gas de ventilación del aparato de desvolatilización en fase líquida,

el intercambiador de calor indirecto captura la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos y transfiere la sustancia al aparato de polimerización de apertura de anillo,

30 un condensador húmedo y un pozo caliente se conectan a la ruta de descarga del gas de ventilación del intercambiador de calor indirecto y del aparato de secado, respectivamente,

el condensador húmedo captura la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos con el uso de un refrigerante que contenga ácido hidroxicarboxílico (correspondiente a los dímeros cíclicos) en una concentración igual o superior al 50% y transfiere la sustancia al pozo caliente,

el pozo caliente causa la hidrólisis de los dímeros cíclicos para la generación del ácido hidroxicarboxílico,

35 el ácido hidroxicarboxílico generado se mezcla con el refrigerante y la mezcla se distribuye al condensador húmedo, y

el ácido hidroxicarboxílico es altamente concentrado a través de la circulación entre el condensador húmedo y el pozo caliente y después descargado.

40 (2) El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según (1), en donde un intercambiador de calor indirecto se conecta a la ruta de descarga del gas de ventilación del aparato de polimerización de apertura de anillo y un condensador húmedo y un pozo caliente se conectan a la ruta de descarga del gas de ventilación del intercambiador de calor indirecto.

45 (3) El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según (1) o (2), que comprende además un aparato de condensación para oligomerizar al ácido hidroxicarboxílico y un aparato de despolimerización para despolimerizar los oligómeros para generar dímeros cíclicos del ácido hidroxicarboxílico, corriente arriba del aparato de polimerización de apertura de anillo, en donde el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado obtenido como resultado de la circulación entre el condensador húmedo y el pozo caliente se transfiere al aparato de condensación para utilizarse como material de partida.

50 (4) El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según (3), en donde se conectan un condensador húmedo y un pozo caliente a la ruta de descarga del gas de ventilación del aparato de despolimerización.

- (5) El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según cualquiera de (1) a (4), que además comprende un aparato formador entre el aparato de desvolatilización de la fase líquida y el aparato de secado para permitir que el ácido polihidroxicarboxílico sea enfriado por el agua y después conformado en forma de pelets.
- 5 (6) El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según cualquiera de (1) a (5), que además comprende un aparato de purificación entre el intercambiador de calor indirecto y el aparato de polimerización de apertura de anillo, en el que el aparato de purificación purifica los dímeros cíclicos del ácido hidroxicarboxílico de la sustancia dispersa en el proceso y transfiere lo obtenido al aparato de polimerización de apertura de anillo.
- 10 (7) El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según cualquiera de (1) a (6), en donde la sustancia dispersa en el proceso todavía contiene oligómeros del ácido hidroxicarboxílico y el pozo caliente provoca la hidrólisis de los oligómeros.
- 15 (8) Un método para producir ácido polihidroxicarboxílico que comprende las etapas de: polimerización de apertura de anillo de los dímeros cíclicos del ácido hidroxicarboxílico, desvolatilización en fase líquida para desvolatilizar los dímeros cíclicos que no han reaccionado o subproductos por aplicación de presión negativa mientras que se mantiene el ácido polihidroxicarboxílico generado en estado fundido, y secado por calentamiento del ácido polihidroxicarboxílico solidificado para su secado, en donde:
- 20 la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos se captura del gas de ventilación descargado en el paso de desvolatilización en fase líquida con el uso de un intercambiador de calor indirecto tal que la sustancia se utiliza como material de partida en el paso de la polimerización de apertura de anillo, mientras que la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos se captura también de un gas de ventilación descargado del intercambiador de calor indirecto y un gas de ventilación descargado en la etapa de secado con el uso de una solución que contenga ácido hidroxicarboxílico (correspondiente a los dímeros cíclicos) en una concentración de 50% o más,
- 25 la sustancia dispersa en el proceso capturada con el uso de la solución es hidrolizada para la generación de ácido hidroxicarboxílico,
- el ácido hidroxicarboxílico generado se mezcla con la solución y se circula la mezcla, y se descarga el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado obtenido por circulación de la solución.
- (9) El método para producir ácido polihidroxicarboxílico según (8) en donde
- 30 la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos es capturada de un gas de ventilación descargado en la etapa de polimerización de apertura de anillo con el uso del intercambiador de calor indirecto para utilizarse como material de partida en el paso de polimerización de apertura de anillo, durante el cual la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos es capturada también de un gas de ventilación descargado del intercambiador de calor indirecto con el uso de la solución,
- 35 la sustancia dispersa en el proceso capturada con el uso de la solución es hidrolizada para la generación de ácido hidroxicarboxílico,
- el ácido hidroxicarboxílico generado se mezcla con la solución y la mezcla se circula, y el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado obtenido por circulación de la solución se descarga
- 40 (10) el método para producir ácido polihidroxicarboxílico según (8) o (9), que además comprende el paso de condensación para oligomerizar el ácido hidroxicarboxílico y el paso de despolimerización de los oligómeros para generar los dímeros cíclicos del ácido hidroxicarboxílico antes del paso de polimerización de apertura de anillo, en donde el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado descargado se utiliza como material de partida en el paso de condensación.
- (11) El método para producir ácido polihidroxicarboxílico según (10), en donde la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos es capturada de un gas de ventilación descargado en el paso de despolimerización con el uso de la solución,
- 45 la sustancia dispersa en el proceso capturada con el uso de la solución es hidrolizada para generar el ácido hidroxicarboxílico,
- el ácido hidroxicarboxílico generado se mezcla con la solución y se circula la mezcla,
- el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado obtenido por circulación de la solución es descargado, y

el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado descargado se utiliza como material de partida en el paso de condensación.

5 (12) El método para producir ácido polihidroxicarboxílico según una cualquiera, de (8) a (11), que comprende además un paso formador que permite que el ácido polihidroxicarboxílico sea enfriado con agua y luego sometido a una formación entre el paso de desvolatilización en fase líquida y el paso de secado del ácido polihidroxicarboxílico solidificado por calentamiento.

10 (13) El método para producir ácido polihidroxicarboxílico según una cualquiera de (8) a (12), en donde la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos es capturada con el uso del intercambiador de calor indirecto, los dímeros cíclicos se purifican y el producto obtenido se utiliza como material de partida en el paso de polimerización de apertura de anillo.

(14) El método para producir ácido polihidroxicarboxílico según una cualquiera de (8) a (13), en donde la sustancia dispersa en el proceso contiene además oligómeros del ácido hidroxicarboxílico, y los oligómeros son capturados con el uso de la solución e hidrolizados para la generación de ácido hidroxicarboxílico.

15 (15) El equipo para la producción de ácido polihidroxicarboxílico según una cualquiera de (1) a (5), que comprende además un aparato de purificación entre el aparato de despolimerización y el aparato de polimerización de apertura de anillo, en donde el aparato de purificación purifica los dímeros cíclicos del ácido hidroxicarboxílico a partir de los producidos en el aparato de despolimerización y transfiere lo obtenido al aparato de polimerización de apertura de anillo.

20 Según el equipo y el método para producir ácido polihidroxicarboxílico de la invención presente, es posible recuperar eficientemente la sustancia dispersa en el proceso generada durante el procedimiento de producción del ácido polihidroxicarboxílico y reutilizar la sustancia como material de partida para mejorar el rendimiento del material de partida del procedimiento.

Esta solicitud incorpora el contenido de la solicitud de documento de patente japonés N° 2008-242235 por el que se reivindica la prioridad para la solicitud presente.

25 **Breve descripción de las Figuras**

La Figura 1 muestra un ejemplo de los equipos para producir ácido polihidroxicarboxílico de la invención presente.

La Figura 2 muestra un diagrama esquemático de un ejemplo de una primera configuración de un condensador húmedo.

30 La Figura 3 muestra un diagrama esquemático de un ejemplo de una segunda configuración de un condensador húmedo.

La Figura 4 muestra un diagrama esquemático de un ejemplo de una tercera configuración de un condensador húmedo.

La Figura 5 muestra un ejemplo práctico del equipo que se muestra en la figura 1.

Explicación de la numeración de referencia

35 1: Aparato de alimentación de ácido láctico; 3: Aparato de concentración de ácido láctico; 7: Aparato de condensación de ácido láctico; 11: Aparato de despolimerización; 12: Aparato de reflujo; 13: Enfriador de lactida; 15: Aparato de purificación; 17: Aparato de polimerización de apertura de anillo; 18: Aparato de polimerización de apertura de anillo; 19: Aparato de desvolatilización en fase líquida; 20: Aparato de formación; 21: Aparato de secado; 22: Condensador húmedo; 25: Condensador húmedo; 26: Condensador húmedo; 28: Condensador húmedo; 30: Depósito del tampón; 31: Pozo caliente; 33: Refrigerador; 35: Pozo caliente; 37: Refrigerador; 40: Pozo caliente; 42: Refrigerador; 45: Pozo caliente; 47: Refrigerador; 50: Intercambiador de calor indirecto; 51: Pozo caliente; 53: Intercambiador de calor indirecto; 54: Pozo caliente; 123: Cuerpo del condensador húmedo; 124: Tubo de entrada del gas; 125: Tubería de descarga de gas no condensable; 126: Tubería de alimentación de ácido láctico; 127: Tubería de descarga de la solución condensada; 128: Boquilla de alimentación de ácido láctico; 129: Bandeja; 130: Boquilla de ducha de ácido láctico.

Descripción de las realizaciones preferidas

En lo sucesivo se describe con mayor detalle la invención presente con referencia a los siguientes ejemplos, aunque el alcance técnico de la invención presente no se limita a los mismos.

La Figura 1 muestra un ejemplo del equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico de la invención presente. En esta solicitud, la producción de polilactida con el uso del equipo es descrita por conveniencia. Sin embargo, este equipo puede utilizarse no sólo para la producción de polilactida, sino también para la producción de otros polímeros de ácidos hidroxicarboxílicos. En caso de que se produzcan polímeros de ácidos hidroxicarboxílicos distintos del ácido láctico, los términos "lactida", "oligómero de ácido láctico" y "ácido láctico" utilizados en la descripción a continuación pueden sustituirse por "dímero cíclico de ácido hidroxicarboxílico," "oligómero de ácido hidroxicarboxílico" y "ácido hidroxicarboxílico", respectivamente. Ejemplos de otros ácidos hidroxicarboxílicos incluyen el ácido glicólico, ácido 3-hidroxiбутírico, ácido 4-hidroxiбутírico, ácido 4-hidroxi-valérico, ácido 5-hidroxi-valérico y ácido 6-hidroxi-caproico.

El método para producir ácido polihidroxicarboxílico de la invención presente puede llevarse a cabo utilizando un equipo tal como se muestra en la Figura 1. Sin embargo, el método no se limita a la utilización de tal equipo. Por lo tanto, el método puede realizarse utilizando equipos diferentes sin salirse del alcance de la invención presente.

El equipo de la invención presente comprende principalmente un aparato de alimentación del ácido láctico 1, un aparato de concentración del ácido láctico 3, un aparato de condensación del ácido láctico 7, un aparato de despolimerización 11, aparatos de polimerización de apertura de anillo 17 y 18, un aparato de desvolatilización en fase líquida 19, un aparato conformador 20, y un aparato de secado 21.

En el aparato de concentración del ácido láctico 3, el agua contenida en el ácido láctico suministrado por el aparato de alimentación del ácido láctico 1 se evapora por calentamiento. La calefacción preferiblemente se lleva a cabo dentro de una corriente de gas nitrógeno a de 120° C a 150° C. Como resultado de la reacción de concentración de ácido láctico, se genera un gas que contiene agua y ácido láctico. Preferentemente, el aparato de concentración del ácido láctico 3 comprende un aparato de reflujo que captura el ácido láctico del gas y refluje el ácido láctico capturado al aparato de concentración del ácido láctico 3. Preferentemente, el agua contenida en el ácido láctico se elimina todo lo posible por calentamiento y evaporación en el aparato de concentración del ácido láctico 3. El ácido láctico concentrado producido en el aparato de concentración del ácido láctico 3 se transfiere al aparato de condensación del ácido láctico 7. Además, si el ácido láctico usado como material de partida es preliminarmente concentrado, puede omitirse el aparato de concentración del ácido láctico 3.

En el aparato de condensación del ácido láctico 7, se deja que proceda una reacción de condensación del ácido láctico para la generación de oligómeros del ácido láctico. El agua generada durante la reacción se evapora. El término conceptual "oligómeros del ácido láctico" utilizado en la invención presente se refiere a oligómeros de ácido láctico que van desde un dímero de ácido láctico a un polímero de ácido láctico con un peso molecular de aproximadamente 50.000. El promedio de peso molecular de los oligómeros del ácido láctico obtenidos como resultado de la reacción de condensación del ácido láctico anterior es generalmente de 500 a 10.000 y preferentemente de 1.000 a 5.000. La reacción de condensación del ácido láctico es generalmente llevada a cabo a una presión de 100 Torr o menos, preferentemente 10 Torr o menos, y más preferentemente 1 Torr o menos, y generalmente a una temperatura de 100° C a 220° C y preferiblemente 130° C a 200° C. Es preferible minimizar el tiempo de calentamiento de manera que pueda inhibirse la descomposición térmica del ácido láctico y oligómeros del ácido láctico.

Durante la reacción de condensación del ácido láctico, si es necesario, puede agregarse un catalizador de reacción de condensación del ácido láctico. Un catalizador convencionalmente conocido puede utilizarse como catalizador para esa reacción. Ejemplos de los mismos incluyen: catalizadores basados en organotina (por ejemplo, lactato de estaño, tartrato de estaño, dicaprilato de estaño, dilaurato de estaño, dipalmitato de estaño, diestearato de estaño, dioleato de estaño, α -naftoato de estaño, β -naftoato de estaño, y octilato de estaño); y estaño en polvo.

El aparato de condensación de ácido láctico 7 tiene al menos un reactor, una apertura de alimentación del ácido láctico concentrado y una apertura para la descarga de los oligómeros del ácido láctico. El reactor puede ser un reactor vertical o un reactor horizontal. Como un método para calentar el reactor, pueden utilizarse métodos que se usan generalmente en la técnica. Ejemplos de tales métodos incluyen un método en donde una camisa de calefacción se proporciona a la parte periférica externa del reactor de manera que una solución de reacción se calienta por transferencia de calor a través de la pared del reactor y un método en donde la calefacción se lleva a cabo a través de la transferencia de calor a través de tubos de transferencia de calor (serpentin) que figuran dentro del reactor. Estos métodos pueden utilizarse o solos o en combinación.

La reacción de condensación del ácido láctico provoca la generación de un gas que contiene agua, ácido láctico, oligómeros de ácido láctico de bajo peso molecular, y lactida que se genera debido a la descomposición de los oligómeros. Preferentemente, el aparato de condensación del ácido láctico 7 comprende un aparato de reflujo. El aparato de reflujo captura ácido láctico, oligómeros de ácido láctico de bajo peso molecular y lactida del gas y los refluje al aparato de condensación del ácido láctico 7. Los oligómeros de ácido láctico generados en el aparato de condensación del ácido láctico 7 se transfieren al aparato de despolimerización 11.

5 En el aparato de despolimerización 11, se deja que proceda la reacción de despolimerización de los oligómeros del ácido láctico para la generación de la lactida. El aparato de despolimerización 11 comprende una unidad de despresurización. La reacción de despolimerización de los oligómeros del ácido láctico se lleva a cabo en un ambiente de despresurización generalmente a 100 Torr o menos y preferiblemente a 10 Torr o menos por calentamiento generalmente a de 120° C a 250° C y preferiblemente de 170° C a 200° C. En consecuencia, la lactida se genera en forma de gas. En la invención presente, el término "lactida" indica ésteres cíclicos generados por una reacción de deshidratación por la eliminación de dos moléculas de agua de dos moléculas de ácido láctico.

10 El aparato de despolimerización 11 tiene al menos un reactor, una apertura de alimentación de oligómeros de ácido láctico, y una apertura para la descarga de la lactida. Además, normalmente se le proporciona un termómetro. El reactor no está particularmente limitado y puede ser un reactor vertical, un reactor horizontal o un reactor de tanque. Ejemplos de aspas de agitación que se pueden utilizar incluyen aspas de remo, aspas de turbina, aspas de anclaje, aspas de doble movimiento y aspas de cinta helicoidal. Como un método para calentar el reactor, pueden utilizarse métodos que se usan generalmente en la técnica. Ejemplos de tales métodos incluyen un método en donde una camisa de calefacción se proporciona a la parte periférica externa del reactor de manera que una solución de reacción se calienta por transferencia de calor a través de la pared del reactor y un método en donde la calefacción se lleva a cabo a través de la transferencia de calor a través de tubos de transferencia de calor (serpentín) que figuran dentro del reactor. Estos métodos pueden utilizarse o solos o en combinación.

15 Para la reacción de despolimerización, si es necesario, puede agregarse un catalizador de reacción de despolimerización. Puede utilizarse un catalizador convencionalmente conocido. Ejemplos de los mismos incluyen catalizadores que comprende: metales seleccionados del grupo que consiste en metales de los grupos, IA, IIIA, IV, IIB y VA de la tabla periódica; o sus compuestos de metales.

20 Ejemplos de catalizadores que comprenden metales que pertenecen al grupo IA incluyen los hidróxidos de metales alcalinos (por ejemplo, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio e hidróxido de litio), sales de metales alcalinos y ácidos débiles (por ejemplo, lactato de sodio, acetato de sodio, carbonato de sodio, octilato de sodio, estearato de sodio, lactato de potasio, acetato de potasio, carbonato de potasio y octilato de potasio), y alcóxidos de metales alcalinos (por ejemplo, metóxido de sodio, metóxido de potasio, etóxido de sodio y etóxido de potasio).

25 Ejemplos de catalizadores que comprenden el grupo IIIA incluyen etóxido de aluminio, isopropóxido de aluminio, alumina, y cloruro de aluminio.

30 Ejemplos de catalizadores que comprenden el grupo IV A incluyen catalizadores basados en organotina (por ejemplo, lactato de estaño, tartrato de estaño, dicaprilato de estaño, diestearato de estaño, dioleato de estaño, α -naftoato de estaño, β -naftoato de estaño, y octilato de estaño); estaño en polvo, óxido de estaño, y estaño halogenado.

35 Ejemplos de catalizadores que comprenden el grupo IIB incluyen el zinc en polvo, zinc halogenado, óxido de zinc y compuestos de organozinc.

40 Ejemplos de catalizadores que comprenden el grupo IVB incluyen compuestos basados en titanio tales como el titanato de tetrapropilo y compuestos basados en zirconio tales como el isopropóxido de zirconio.

Entre lo que antecede, es preferible utilizar un compuesto basado en estaño tal como el octilato de estaño o un compuesto basado en antimonio tal como el trióxido de antimonio. Además, el contenido de catalizador utilizado es aproximadamente del 0,01% a 20% en peso, preferiblemente aproximadamente del 0,05% al 15% en peso y más preferentemente aproximadamente del 0,1% al 10% en peso basado en el peso de los oligómeros de ácido láctico.

45 El vapor que comprende la lactida generada en el aparato de despolimerización 11 se descarga fuera del aparato de despolimerización 11 y se suministra al refrigerador de lactida 13. A continuación, se recuperan la lactida después del enfriamiento y condensación y después se transfiere al aparato de purificación 15.

50 Un ejemplo deseado de un refrigerador de lactida 13 es un condensador de superficie en el que el vapor y un refrigerante indirectamente entran en contacto el uno con el otro a través de tubos de metal. Esto es porque es necesario evitar la generación de ácido debido a la descomposición de la lactida causada por el contacto directo entre la lactida y un refrigerante que contenga agua. Como resultado de la generación de ácido, el ácido sirve como catalizador para inhibir el progreso de la reacción de polimerización de apertura de anillo. Además, el ácido puede causar corrosión de los materiales de un refrigerador y similares. Hay casos excepcionales en los que se utiliza un refrigerante, como gas de nitrógeno que es inerte en presencia de la lactida. En tal caso, es necesario secar suficientemente el refrigerante para reducir la humedad higroscópica en él.

El aparato de purificación 15 se utiliza para separar impurezas tales como el agua contenida en la lactida y oligómeros que no han reaccionado con el uso de un método que envuelve la destilación, cristalización o similares. En el caso de la destilación, la purificación se lleva a cabo calentando la lactida y enfriando el vapor de manera

gradual para así separar/recuperar lactida de mucha pureza. Después, la lactida se descarga desde el aparato de purificación 15 y se transfiere al aparato de polimerización de apertura de anillo 17.

Además, la etapa de formar la lactida a través de la generación de oligómeros de ácido láctico y despolimerización se hace con el equipo que se muestra en la figura 1. Sin embargo, en lugar de tal etapa, podrá aplicarse una etapa conocida que forma la lactida directamente del ácido láctico. Además, cuando la lactida está disponible como un material de partida, puede omitirse el uso de los aparatos de condensación 7 y de despolimerización 11.

En los aparatos de polimerización de apertura de anillo 17 y 18, se generan polilactidas permitiendo que proceda la reacción de polimerización de apertura de anillo de la lactida. En los aparatos de polimerización de apertura de anillo 17 y 18, se lleva a cabo una reacción de polimerización de apertura de anillo de lactida en una atmósfera de gas inerte por calentamiento generalmente a de 120° C a 250° C y preferiblemente de 120° C a 200° C.

Los aparatos de polimerización de apertura de anillo 17 y 18 tienen cada uno al menos un reactor, una apertura de alimentación de lactida, y una apertura de descarga de polilactidas. Además, generalmente se proporciona un termómetro al mismo. El reactor no está particularmente limitado y puede ser un reactor vertical, un reactor horizontal o un reactor de tanque. Como se muestra en la figura 1, dos o más reactores pueden estar instalados en serie o puede instalarse un solo reactor. Ejemplos de aspas de agitación que se pueden utilizar incluyen aspas de remo, aspas de turbina, aspas de anclaje, aspas de doble movimiento y aspas de cinta helicoidal. Como un método para calentar el reactor, pueden utilizarse métodos que se usan generalmente en la técnica. Ejemplos de tales métodos incluyen un método en donde una camisa de calefacción se proporciona a la parte periférica externa del reactor de manera que una solución de reacción se calienta por transferencia de calor a través de la pared del reactor y un método en donde la calefacción se lleva a cabo a través de la transferencia de calor a través de tubos de transferencia de calor (serpentín) proporcionados dentro del reactor. Estos métodos pueden utilizarse solos o en combinación.

Para la reacción de polimerización de apertura de anillo, si es necesario, puede agregarse un catalizador de reacción de polimerización de apertura de anillo. Pueden utilizarse catalizadores convencionalmente conocidos. Ejemplos de los mismos incluyen catalizadores que comprende: metales seleccionados del grupo que consiste en metales de los grupos, IA, IIIA, IV, IIB y VA de la tabla periódica; y sus compuestos metálicos. Entre lo que antecede, es preferible utilizar un compuesto basado en estaño tal como el octilato de estaño o un compuesto basado en antimonio tal como el trióxido de antimonio. El contenido de catalizador utilizado es aproximadamente de 1 a 2000 ppm, preferiblemente aproximadamente de 5 a 1500 ppm y más preferentemente aproximadamente de 10 a 1000 ppm basados en la cantidad de lactida.

Para la reacción de polimerización de apertura de anillo, si es necesario, puede agregarse un iniciador de la polimerización a fin de, por ejemplo, ajustar el peso molecular. Ejemplos de los iniciadores de la polimerización que pueden utilizarse incluyen alcoholes tales como el 1-dodecanol. Por ejemplo, cuando la concentración de un iniciador de la polimerización es de 700 ppm, el promedio de peso del peso molecular de las polilactidas es aproximadamente 200.000. Las polilactidas generadas en los aparatos de polimerización de apertura de anillo 17 y 18 se transfieren al aparato de desvolatilización en fase líquida 19.

En el aparato de desvolatilización en fase líquida 19, se crea un entorno de presión negativa mientras que se mantiene a las polilactidas en estado fundido de modo que se elimine la lactida que no haya reaccionado y otros subproductos, tales como los oligómeros de ácido láctico, ácido láctico y el agua contenida en las polilactidas. (En lo sucesivo, este paso se denomina el paso de "desvolatilización en fase líquida"). En el paso de desvolatilización en fase líquida, si es necesario, puede añadirse un antioxidante a las polilactidas.

En el aparato de desvolatilización en fase líquida 19 se instala una unidad de despresurización. En el aparato, se lleva a cabo la desvolatilización de las polilactidas por calentamiento en un entorno de despresurización generalmente a 100 Torr o menos y preferiblemente a 1 Torr o menos a una temperatura de generalmente 120° C a 250° C y preferiblemente de 180° C a 200° C, que es mayor que la del aparato de polimerización de apertura de anillo.

El aparato de desvolatilización en fase líquida 19 tiene al menos un reactor, una apertura de alimentación de polilactidas, y una apertura de descarga de polilactidas. Además, generalmente se le proporciona un termómetro al mismo. El reactor utilizado no está particularmente limitado y ejemplos del mismo incluyen extrusoras de tornillos gemelos, extrusoras de tornillo único, extrusoras de cuatro ejes y reactores horizontales. Como un método para calentar el reactor, pueden utilizarse métodos que se usan generalmente en la técnica. Ejemplos de tales métodos incluyen un método en donde una camisa de calefacción se proporciona a la parte periférica externa del reactor de manera que una solución de reacción se calienta por transferencia de calor a través de la pared del reactor y un método en donde la calefacción se lleva a cabo a través de la transferencia de calor a través de tubos de transferencia de calor (serpentín) proporcionados dentro del reactor. Estos métodos pueden utilizarse solos o en combinación. Las polilactidas sometidas a desvolatilización en fase líquida se transfieren al aparato formador 20.

El aparato formador 20 tiene al menos una apertura de alimentación de polilactidas, y una apertura de descarga de polilactidas. En el aparato formador 20, se enfrían las hebras de polilactidas en estado fundido por enfriamiento con agua o similares y se conforman en una forma deseada, como en forma de partículas o pelets. Por ejemplo, puede usarse un cortador de astillas como aparato. Sin embargo, la invención presente no está particularmente limitada al mismo. Las polilactidas formadas anteriormente se transfieren al aparato de secado 21.

En el aparato de secado 21, las polilactidas formadas anteriormente se secan usando aire para secar o similar. Tal aparato que puede utilizarse es, por ejemplo, un secador de aire caliente o un aparato en el que las polilactidas se colocan en una malla y se permite pasar el gas a su través hacia arriba; sin embargo, no se está limitado al mismo. Alternativamente, es posible secar las polilactidas durante la transferencia de las polilactidas con el uso de un transportador de banda o similar. Puede utilizarse una variedad de tales aparatos. La temperatura de secado es de 100° C a 200° C y preferiblemente 120° C a 180° C. La temperatura de secado puede cambiarse de forma continua o en incrementos. El tiempo de secado es de 1 minuto a 25 horas y preferiblemente de 5 minutos a 11 horas. Además de aire seco, pueden utilizarse para secar nitrógeno seco y similares. Sin embargo, la invención presente no está limitada a los mismos.

Un intercambiador de calor indirecto 50 está conectado a cada una de las rutas de descarga del gas de ventilación de los aparatos de polimerización de apertura de anillo 17 y 18 y un intercambiador de calor indirecto 53 está conectado a la ruta de descarga del gas de ventilación del aparato de desvolatilización en fase líquida 19 para la introducción del gas de ventilación descargado desde cada aparato. En la fig. 1, se proporciona un intercambiador de calor indirecto a cada una de las rutas de descarga del gas de ventilación de los aparatos de polimerización de apertura de anillo 17 y 18 y al aparato de desvolatilización de la fase líquida 19. Sin embargo, la invención presente no se limita a tal ejemplo. Es aceptable en tanto en cuanto un intercambiador de calor indirecto se proporcione a por lo menos el aparato de desvolatilización en fase líquida 19.

El gas de ventilación descargado de cada aparato contiene una sustancia dispersa en el proceso que comprende lactidas, oligómeros de ácido láctico, ácido láctico, agua y similares. En la etapa de la desvolatilización en fase líquida, la sustancia dispersa en el proceso tiene un contenido de agua bajo y un contenido alto de lactida. Por tanto, la lactida puede ser eficientemente recuperada con la instalación de un intercambiador de calor indirecto. En particular, la etapa de desvolatilización en fase líquida se lleva a cabo en un ambiente de despresurización y así se dispersa un gran volumen de lactida. En consecuencia, la recuperación de la lactida en la etapa de desvolatilización en fase líquida significativamente influye en la mejora del rendimiento en todo el proceso. Además, en general, es preferida la polilactida compuesta por un solo isómero del ácido L o D láctico. Por lo tanto, es importante mantener la pureza óptica durante la producción de polilactidas. Sin embargo, la lactida recuperadas aquí con el uso de un intercambiador de calor indirecto puede utilizarse para la polimerización de apertura de anillo inmediatamente después de ser purificada sin ser sometida a las etapas de concentración y condensación. Así, es posible inhibir la reducción en la pureza óptica, que es una ventaja. Además, la sustancia dispersa en el proceso en la etapa de polimerización de apertura de anillo también tiene un contenido de agua bajo y un contenido alto de lactida y así la lactida puede recuperarse eficientemente con la instalación de un intercambiador de calor indirecto. Esto contribuye a la mejora del rendimiento de todo el proceso.

Los pozos calientes 51 y 54 se instalan en las partes inferiores de los intercambiadores de calor indirecto 50 y 53, de forma que la lactida es refluida desde los pozos calientes a un aparato de purificación. Se proporcionan los pozos calientes 51 y 54 para la licuefacción de la lactida. Sin embargo, pueden omitirse en algunos casos. Además los ejemplos de un intercambiador de calor indirecto utilizados aquí, incluyen productos generales tales como condensadores de tubo en U y similares.

Los condensadores húmedos 22, 25, 26, y 28 están conectados a las rutas de descarga del gas de ventilación del aparato de despolimerización 11, el aparato de secado 21 y los intercambiadores de calor indirectos 50 y 53, respectivamente, para la introducción del gas de ventilación descargado de cada aparato o intercambiador de calor indirecto. En la invención presente, el término "condensador húmedo" se refiere a un condensador (unidad de condensación) en el que un gas que se va a transportar y un refrigerante entran en contacto directo uno con otro. El gas de ventilación descargado desde el aparato de despolimerización 11 y el aparato de secado 21 contiene la sustancia dispersa en el proceso que comprende lactida, oligómeros de ácido láctico, ácido láctico y agua. Además, el gas de ventilación descargado de los intercambiadores de calor indirectos 50 y 53 contiene la sustancia dispersa en el proceso que comprende lactida, oligómeros de ácido láctico, ácido láctico y agua que no pudo ser capturada con un intercambiador de calor indirecto. Tal sustancia dispersa en el proceso contenida en el gas de ventilación descargado es capturada y trasladada a un pozo caliente que se describe a continuación por cada condensador húmedo para ser hidrolizada a ácido láctico. A continuación, el ácido láctico es transferido al aparato de concentración de ácido láctico 3 y reutilizado como material de partida. En el caso del equipo que se muestra en la figura 1, se proporciona un condensador húmedo para cada una de las rutas de descarga de gas de ventilación del aparato de despolimerización 11, el aparato de secado 21 y los intercambiadores de calor indirectos 50 y 53. Sin embargo, la invención presente no se limita a tales ejemplos. Es aceptable siempre que un condensador húmedo se

instale en por lo menos el intercambiador de calor indirecto 53 proporcionado a lo largo de la ruta de descarga del gas de ventilación del aparato de desvolatilización en fase líquida 19.

El ácido láctico, que es un material de partida para el proceso, se utiliza como refrigerante en cada condensador húmedo. En cada condensador húmedo, la sustancia dispersa en el proceso contenida en el gas de ventilación descargado es capturada y disuelta a través de la circulación de ácido láctico refrigerado en refrigeradores, 33, 37, 42 y 47. La temperatura del ácido láctico enfriado es aproximadamente de 0° C a 100° C y preferiblemente aproximadamente de 10° C a 30° C. La concentración inicial de ácido láctico usado como refrigerante es 50% o más, preferiblemente 75% o más y sobre todo preferentemente 90% o más. Cuando la concentración de ácido láctico es mantenida en el 98% o menos y preferiblemente 95% o menos, la viscosidad no aumenta excesivamente, lo que es preferible.

De acuerdo con la invención presente, puede utilizarse cualquiera de los siguientes condensadores húmedos: un condensador húmedo de tipo de bandeja que comprende una sola bandeja o una pluralidad de bandejas, en los que una solución de enfriamiento, que es el ácido láctico como material de partida, es circulada o vertida desde la parte superior de la bandeja(s) para la formación de una película de líquido y el gas de ventilación descargado se permite que entre en contacto con la película de líquido para la disolución/captura de la sustancia dispersa en el proceso; un condensador húmedo de tipo ducha en el que se proporciona una boquilla de ducha a la parte superior del mismo y una solución de enfriamiento, que es el ácido láctico como material de partida, se pulveriza a través de la boquilla de tal forma que el gas de ventilación descargado pueda entrar en contacto con gotas de líquido para la disolución/captura de la sustancia dispersa en el proceso; un condensador húmedo obtenido mediante la combinación de un condensador húmedo de tipo de bandeja y un condensador húmedo tipo ducha, en el que se coloca el condensador húmedo de tipo de bandeja para servir como la parte superior del mismo y el condensador húmedo tipo de ducha se coloca como la parte inferior del mismo. La figura 2 muestra un diagrama esquemático de un condensador húmedo de tipo de bandeja. La figura 3 muestra un diagrama esquemático de un condensador húmedo de tipo ducha. La figura 4 muestra un diagrama esquemático de un condensador húmedo obtenido mediante la combinación de un condensador húmedo de tipo de bandeja y un condensador húmedo de tipo ducha. En las figuras, las referencias numéricas 123, 124, 125, 126, 127, 128, 129 y 130 denotan un cuerpo de condensador húmedo, un tubo de entrada de gas, una tubería de descarga de gases no condensables, un tubo de alimentación de ácido láctico, una tubería de descarga de la solución condensada, una boquilla de alimentación de ácido láctico, una bandeja, y una boquilla de ducha de ácido láctico, respectivamente.

El gas de ventilación descargado desde el aparato de despolimerización 11 y el aparato de secado 21 contiene vapor de agua. Por lo tanto, puede instalarse un intercambiador de calor indirecto para la condensación/captura del vapor de agua enfrente del condensador húmedo correspondiente.

Los pozos calientes 31, 35, 40 y 45 separadamente se instalan en las partes inferiores de los condensadores húmedos individuales para la introducción de soluciones de drenaje descargadas desde los condensadores húmedos individuales. Esta solución de drenaje comprende la sustancia dispersa en el proceso que ha sido capturada/disuelta y ácido láctico que actúa como un refrigerante. También puede utilizarse un pozo caliente tipo tanque. Sin embargo, la invención presente no está limitada al mismo. Además, un enfriador de reflujo puede instalarse en la parte superior de un pozo caliente tal que el ácido láctico evaporado desde un pozo caliente es licuado y refluído al pozo caliente. Cada pozo caliente comprende al menos unos medios de agitar o unos medios de calefacción para la promoción de la hidrólisis de la sustancia dispersa en el proceso contenida en la solución de drenaje. La lactida y los oligómeros del ácido láctico contenidos en la sustancia dispersa en el proceso son hidrolizados a ácido láctico mientras que consumen agua contenida en la solución de drenaje tal que el ácido láctico así obtenido se mezcla con el ácido láctico utilizado como refrigerante. En consecuencia, se obtiene ácido láctico más concentrado.

El ácido láctico obtenido de cada pozo caliente como se describió anteriormente se refluye en un condensador húmedo a través de un enfriador instalado en la parte superior del condensador húmedo para la circulación. En consecuencia, puede obtenerse ácido láctico más concentrado. La concentración de ácido láctico para ser circulado se mantiene al 98% o menos y preferiblemente al 95% o menos a fin de reducir errores de circulación debido a un aumento de viscosidad. El altamente concentrado ácido láctico obtenido por circulación puede reutilizarse como material de partida reintroduciéndolo en el aparato de concentración de ácido láctico 3. Sin embargo, el ácido láctico altamente concentrado puede ser reintroducido en el aparato de alimentación de ácido láctico 1 o el aparato de condensación 7. También, puede utilizarse ácido láctico altamente concentrado como alternativa como un material de partida en otro proceso que use ácido láctico. Además, el ácido láctico obtenido de un pozo caliente puede introducirse directamente en el aparato de alimentación de ácido láctico 1, el aparato de concentración de ácido láctico 3, o el aparato de condensación 7 sin ser circulado.

Un condensador húmedo que usa ácido láctico como refrigerante es ventajoso porque se consume el agua contenida en el ácido láctico mediante la hidrólisis y porque la generación adicional de ácido láctico mediante hidrólisis de la sustancia dispersa en el proceso causa la concentración del ácido láctico utilizado para la

refrigeración, y el tiempo necesario para el paso de concentración puede reducirse con la reutilización del ácido láctico concentrado. Estos puntos ventajosos conducen a la mejora de la eficiencia de la síntesis durante todo el proceso y la supresión de costos operacionales. Además, en comparación con un condensador húmedo convencional que usa agua, el condensador anterior es ventajoso en que la sustancia dispersa en el proceso es suficientemente hidrolizada en él, no causando ninguna generación de lodos en la solución y no causando la obstrucción de tuberías, etc. Esto es porque la sustancia dispersa en el proceso que comprende lactida, oligómeros y similares se reconvierte en ácido láctico en forma líquida después de ser hidrolizada suficientemente con el agua contenida en el ácido láctico con el uso de al menos un medio de calefacción o un medio de agitación en un pozo caliente ubicado en la parte inferior de un condensador húmedo. Además, la sustancia dispersa en el proceso es arrastrada con ácido láctico para que no invada un aparato como una bomba de vacío instalada después de un condensador húmedo y no cause el deterioro de dichos aparatos.

La figura 5 muestra un ejemplo práctico del equipo que se muestra en la figura 1, que es distinto al del ejemplo anterior en que el gas de ventilación descargado desde los aparatos de polimerización de apertura de anillo 17 y 18 a través de un intercambiador de calor indirecto 50 y el gas de ventilación descargado desde un aparato de secado 21 se mezclan y se introducen en un condensador húmedo 25. Como en este caso, un condensador húmedo y un pozo caliente pueden ser instalados por separado no sólo en cada una de las rutas de descarga de gas de ventilación de un aparato de despolimerización 11, un aparato de secado 21 e intercambiadores de calor individuales indirectos por separado, sino también a lo largo de un camino único conectados a un camino de descarga del gas de ventilación para dos o más aparatos.

[Ejemplos]

Las polilactidas fueron sintetizadas con el equipo que se muestra en la figura 1. El rendimiento basado en el material de partida fue del 65%. Además, la tabla 1 muestra las condiciones de reacción para cada aparato.

Tabla 1

Etapa	Temperatura	Presión	Tiempo de reacción
Concentración	135 ⁰ C	Presión atmosférica	3h
Condensación	170 ⁰ C	10 Torr o menos	10h
Despolimerización	200 ⁰ C	10 Torr o menos	30 minutos
Polimerización de apertura de anillo	170 ⁰ C	Presión atmosférica	5h
	190 ⁰ C	Presión atmosférica	5h
Desvolatilización en fase líquida	200 ⁰ C	10 Torr o menos	3h
Secado	140 ⁰ C	Presión atmosférica	20 minutos

(Ejemplo comparativo)

Las polilactidas fueron sintetizadas mediante un equipo de síntesis de polilactidas en el que un condensador húmedo convencional sólo con agua se utilizó para las rutas de descarga del gas de ventilación de todos los aparatos. El rendimiento basado en el material de partida fue del 60%.

Todas las referencias, incluyendo cualquiera de las publicaciones, patentes o solicitudes de patente citadas en esta solicitud se incorporan como referencia en su totalidad.

REIVINDICACIONES

1. Un equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico, que comprende un aparato de polimerización de apertura de anillo para causar la polimerización de apertura de anillo de los dímeros cíclicos del ácido polihidroxicarboxílico, un aparato de desvolatilización en fase líquida para desvolatilizar los dímeros cíclicos que no han reaccionado o subproductos por la aplicación de presión negativa manteniendo el ácido polihidroxicarboxílico generado en estado fundido, y un aparato de secado para calentar el ácido polihidroxicarboxílico solidificado para su secado, en donde
- 5 se conecta un intercambiador de calor indirecto a la ruta de descarga del gas de ventilación del aparato de desvolatilización en fase líquida,
- 10 el intercambiador de calor indirecto captura una sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos y transfiere la sustancia al aparato de polimerización de apertura de anillo,
- un condensador húmedo y un pozo caliente se conectan a la ruta de descarga del gas de ventilación del intercambiador de calor indirecto y del aparato de secado, respectivamente,
- 15 el condensador húmedo captura la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos con el uso de un refrigerante que contiene el ácido hidroxicarboxílico que se corresponde con los dímeros cíclicos en una concentración del 50% o superior y transfiere la sustancia al pozo caliente,
- el pozo caliente causa la hidrólisis de los dímeros cíclicos para la generación del ácido hidroxicarboxílico,
- el ácido hidroxicarboxílico generado se mezcla con el refrigerante y la mezcla se circula al condensador húmedo, y
- 20 el ácido hidroxicarboxílico es altamente concentrado a través de la circulación entre el condensador húmedo y el pozo caliente y después descargado.
2. El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según la reivindicación 1, en donde un intercambiador de calor indirecto se conecta a la ruta de descarga del gas de ventilación del aparato de polimerización de apertura de anillo y un condensador húmedo y un pozo caliente se conectan a la ruta de descarga del gas de ventilación del intercambiador de calor indirecto.
- 25
3. El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según la reivindicación 1, que comprende además un aparato de condensación para oligomerizar al ácido hidroxicarboxílico y un aparato de despolimerización para despolimerizar los oligómeros para generar dímeros cíclicos del ácido hidroxicarboxílico, corriente arriba del aparato de polimerización de apertura de anillo, en donde el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado obtenido como resultado de la circulación entre el condensador húmedo y el pozo caliente se transfiere al aparato de condensación para utilizarse como material de partida.
- 30
4. El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según la reivindicación 2, que comprende además un aparato de condensación para oligomerizar al ácido hidroxicarboxílico y un aparato de despolimerización para despolimerizar los oligómeros para generar dímeros cíclicos del ácido hidroxicarboxílico, corriente arriba del aparato de polimerización de apertura de anillo, en donde el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado obtenido como resultado de la circulación entre el condensador húmedo y el pozo caliente se transfiere al aparato de condensación para utilizarse como material de partida.
- 35
5. El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según la reivindicación 3, en donde se conectan un condensador húmedo y un pozo caliente a la ruta de descarga del gas de ventilación del aparato de despolimerización.
- 40
6. El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según la reivindicación 4, en donde un condensador húmedo y un pozo caliente están conectados a una ruta de descarga de gas de ventilación del aparato de despolimerización.
7. El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que además comprende un aparato formador entre el aparato de desvolatilización de la fase líquida y el aparato de secado para permitir que el ácido polihidroxicarboxílico sea enfriado por agua y después dado la forma de pelets.
- 45
8. El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que además comprende un aparato de purificación entre el intercambiador de calor indirecto y el aparato de polimerización de apertura de anillo, en el que el aparato de purificación purifica los dímeros cíclicos del ácido hidroxicarboxílico de la sustancia dispersa en el proceso y transfiere lo obtenido al aparato de polimerización de apertura de anillo.
- 50

9. El equipo para producir ácido polihidroxicarboxílico según cualquiera de las reivindicaciones (1) a (6), en donde la sustancia dispersa en el proceso todavía contiene oligómeros del ácido hidroxicarboxílico y el pozo caliente provoca la hidrólisis de los oligómeros.
- 5 10. Un método para producir ácido polihidroxicarboxílico que comprende las etapas de: polimerización de apertura de anillo de los dímeros cíclicos del ácido hidroxicarboxílico, desvolatilización en fase líquida para desvolatilizar los dímeros cíclicos que no han reaccionado o subproductos por aplicación de presión negativa mientras que se mantiene al ácido polihidroxicarboxílico generado en estado fundido, y secado por calentamiento del ácido polihidroxicarboxílico solidificado para su secado, en donde:
- 10 una sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos se captura de un gas de ventilación descargado en la etapa de desvolatilización en fase líquida con el uso de un intercambiador de calor indirecto tal que la sustancia se utiliza como material de partida en el paso de la polimerización de apertura de anillo, mientras que la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos se captura también desde un gas de ventilación descargado del intercambiador de calor indirecto y un gas de ventilación descargado en el paso de secado con el uso de una solución que contiene el ácido hidroxicarboxílico que se corresponde con los dímeros cíclicos en una
- 15 concentración de 50% o más,
- la sustancia dispersa en el proceso capturada con el uso de la solución es hidrolizada para la generación de ácido hidroxicarboxílico,
- el ácido hidroxicarboxílico generado se mezcla con la solución y se circula la mezcla, y
- se descarga el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado obtenido por circulación de la solución.
- 20 11. El método para producir ácido polihidroxicarboxílico según la reivindicación 10, en donde
- la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos es capturada de un gas de ventilación descargado en la etapa de polimerización de apertura de anillo con el uso del intercambiador de calor indirecto para utilizarse como material de partida en la etapa de polimerización de apertura de anillo, durante la cual la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos es capturada también de un gas de ventilación descargado del intercambiador de calor indirecto con el uso de la solución,
- 25 la sustancia dispersa en el proceso capturada con el uso de la solución es hidrolizada para la generación de ácido hidroxicarboxílico,
- el ácido hidroxicarboxílico generado se mezcla con la solución y la mezcla se circula, y
- el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado obtenido por circulación de la solución se descarga
- 30 12. El método para producir ácido polihidroxicarboxílico según la reivindicación 10, que además comprende la etapa de condensación para oligomerizar el ácido hidroxicarboxílico y la etapa de despolimerización de los oligómeros para generar los dímeros cíclicos del ácido hidroxicarboxílico antes de la etapa de polimerización de apertura de anillo, en donde el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado descargado se utiliza como material de partida en el paso de condensación.
- 35 13. El método para producir ácido polihidroxicarboxílico según la reivindicación 11, que además comprende la etapa de condensación para oligomerizar el ácido hidroxicarboxílico y la etapa de despolimerización de los oligómeros para generar los dímeros cíclicos del ácido hidroxicarboxílico antes de la etapa de polimerización de apertura de anillo, en donde el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado descargado se utiliza como material de partida en la etapa de condensación.
- 40 14. El método para producir ácido polihidroxicarboxílico según la reivindicación 12, en donde
- la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos es capturada de un gas de ventilación descargado en el paso de despolimerización con el uso de la solución,
- la sustancia dispersa en el proceso capturada con el uso de la solución es hidrolizada para generar el ácido hidroxicarboxílico,
- 45 el ácido hidroxicarboxílico generado se mezcla con la solución y se circula la mezcla,
- el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado obtenido por circulación de la solución es descargado, y
- el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado descargado se utiliza como material de partida en la etapa de condensación.

15. El método para producir ácido polihidroxicarboxílico según la reivindicación 13, en donde
la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos es capturada del gas de ventilación descargado en la etapa de despolimerización con el uso de la solución
- 5 la sustancia dispersa en el proceso capturada con el uso de la solución es hidrolizada para generación del ácido hidroxicarboxílico,
el ácido hidroxicarboxílico obtenido se mezcla con la solución y la mezcla se circula,
el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado obtenido por circulación de la solución se descarga y
el ácido hidroxicarboxílico altamente concentrado descargado se usa como material de partida en la etapa de condensación.
- 10 16. El método para producir el ácido polihidroxicarboxílico según una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 15, que además comprende una etapa de conformación que permite que el ácido polihidroxicarboxílico sea enfriado por agua y después sujeto a conformación entre la etapa de desvolatilización de la fase líquida y la etapa de secado del ácido polihidroxicarboxílico solidificado por calefacción.
- 15 17. El método para producir ácido polihidroxicarboxílico según una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 15, en donde la sustancia dispersa en el proceso que contiene los dímeros cíclicos es capturada con el uso del intercambiador de calor indirecto, se purifican los dímeros cíclicos y el resultante se utiliza como material de partida en la etapa de polimerización de apertura de anillo
- 20 18. El método para producir ácido polihidroxicarboxílico según una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 15, en donde la sustancia dispersa en el proceso contiene además oligómeros del ácido hidroxicarboxílico, y los oligómeros son capturados con el uso de la solución e hidrolizados para la generación de ácido hidroxicarboxílico.

Fig. 2

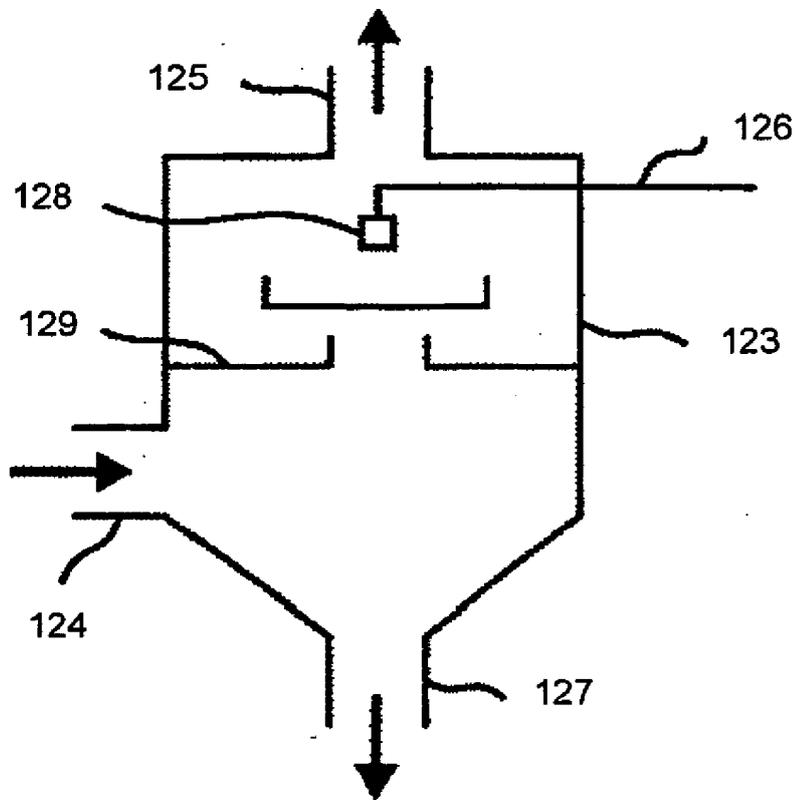


Fig. 3

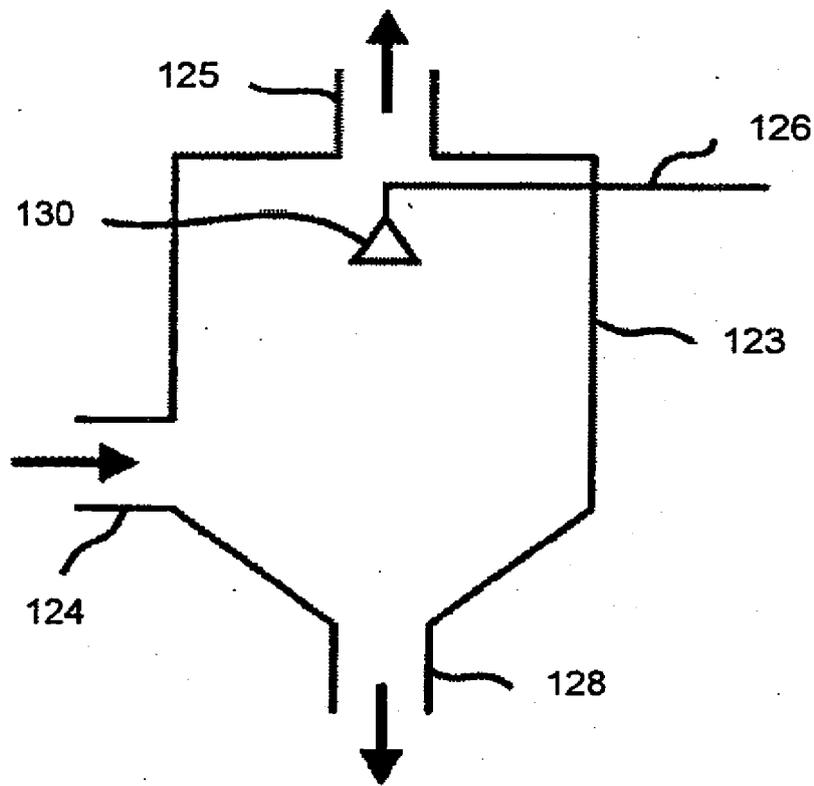
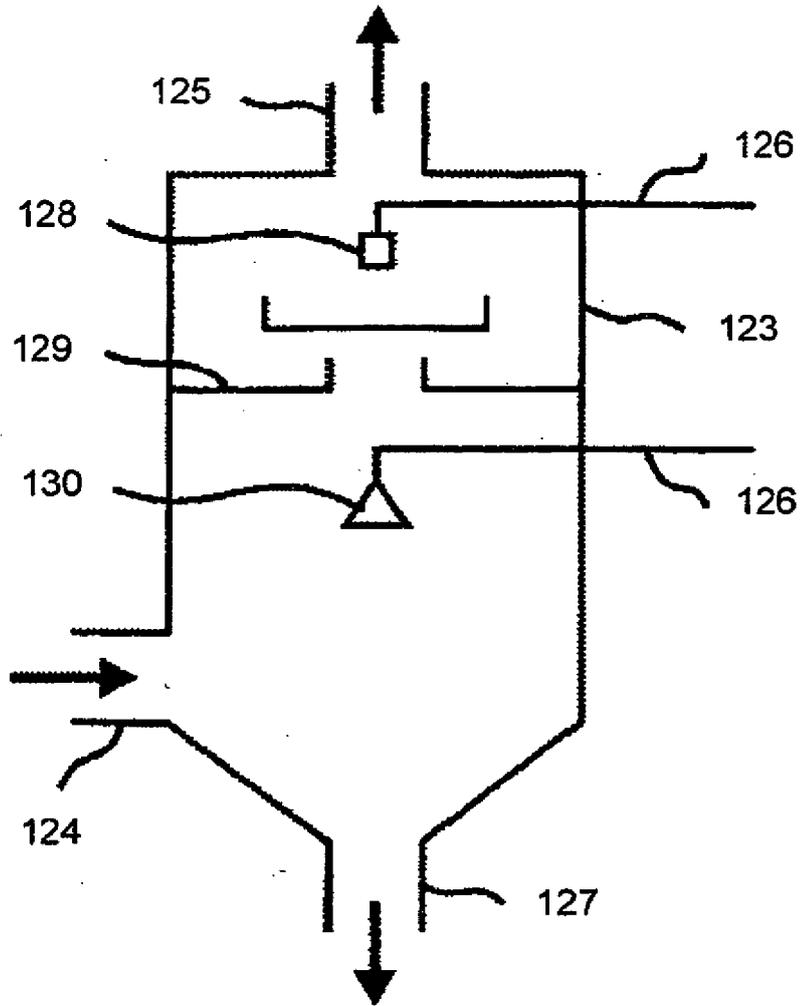


Fig. 4



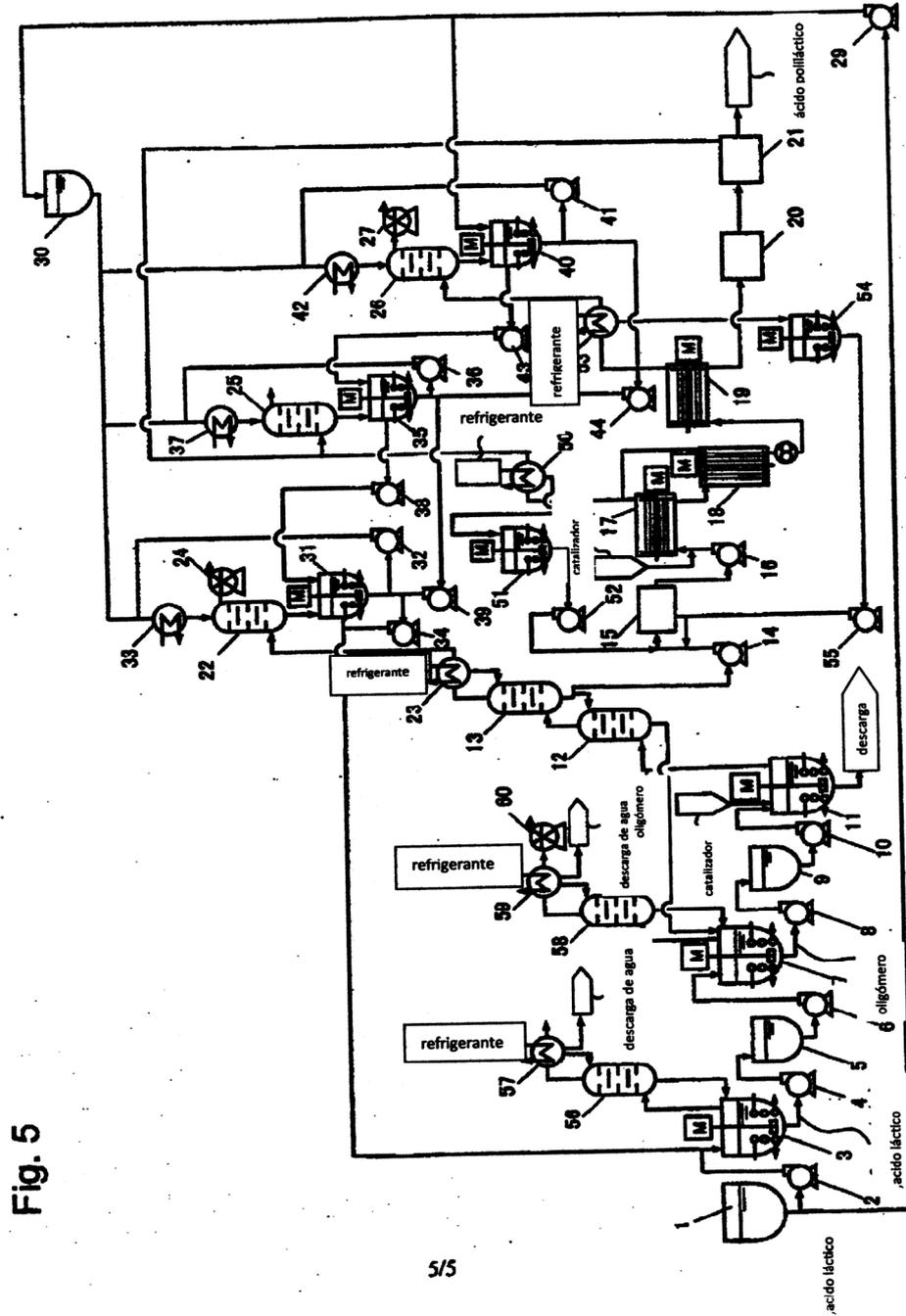


Fig. 5